

⑯

⑯ BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



Int. Cl. 2:

B 01 J 23/74

C 11 C 3/12

Behördeneigentum

⑯

Offenlegungsschrift

25 38 098

⑯

Aktenzeichen:

P 25 38 098.7

⑯

Anmeldetag:

27. 8. 75

⑯

Offenlegungstag:

10. 3. 77

⑯

⑯

Unionspriorität:

⑯ ⑯ ⑯

⑯

Bezeichnung:

Nickel/Silber-Trägerkatalysator und seine Verwendung

⑯

Zusatz zu:

P 22 46 830.0

⑯

Anmelder:

Harburger Oelwerke Brinckman & Mergell, 2100 Hamburg

⑯

Erfinder:

Baltes, Josef, Dr., 4401 Sendenhorst; Lefebvre, Jacques, Dr.,
2100 Hamburg

DT 25 38 098 A 1

● 2. 77 709 810/1080

10/90

DT 25 38 098 A 1

UEXKÜLL & STOLBERG
2 HAMBURG 52
BESSELERSTRASSE 4

PATENTANWÄLTE
2538098
DR. J.-D. FRHR. von UEXKÜLL
DR. ULRICH GRAF STOLBERG
DIPL.-ING. JÜRGEN SUCHANTKE

Harburger Oelwerke
Brinckman & Mergell

(12531)

21 Hamburg 90
Seehafenstraße 2

Hamburg, 21. August 1975

Nickel/Silber-Trägerkatalysator und seine Verwendung

Zusatz zu Patent (P 22 46 830.0-41)

Im Patent (Patentanmeldung P 22 46 830.0-41) sind Katalysatoren aus Nickel und Silber auf einem anorganischen Oxidträger beschrieben, die je 100 Gewichtsteile der Gesamtmetalle 70 bis 95 Gewichtsteile Nickel und 30 bis 5 Gewichtsteile Silber enthalten und durch gemeinsame oder fraktionierte Fällung von Hydroxiden oder Oxiden des Nickels und Silbers auf dem Träger durch Behandlung wässriger Salzlösungen dieser Metalle mit alkalischen Reagenzien, Trocknen und Reduzieren in strömendem Wasserstoff bei 220°C bis 290°C hergestellt werden. Diese Katalysatoren eignen sich insbesondere für die Hydrierung von Ölen, die neben Linolsäure höher ungesättigte Fettsäuren, vor allem drei- bis mehrfach ungesättigte Fettsäuren enthalten. Ihre Verwendung führt zu einer fast vollständigen Hydrierung der drei- und mehrfach ungesättigten Fettsäureanteile unter weitgehendem Erhalt der Linolsäure. Z.B. lässt sich mit diesen Katalysatoren der Linolensäureanteil

709810/1080

ORIGINAL INSPECTED

des Öles auf 10 bis 25 % des ursprünglichen Wertes und der Linolsäuregehalt auf 60 bis 80 % des ursprünglichen Wertes senken und der Gehalt an festen Glyceriden gering halten.

Es wurde nun gefunden, daß in der beschriebenen Weise hergestellte, jedoch bei Temperaturen über 290°C und insbesondere bei Temperaturen von 350 bis 450°C reduzierte Katalysatoren bei verstärkter Katalysatoraktivität den Linolensäureanteil des Öles auf 0 bis 10 % des ursprünglichen Wertes und den Linolsäureanteil auf 40 bis 60 % des ursprünglichen Wertes zu senken vermögen. Vorteilhaft enthalten diese Katalysatoren 7 bis 8 Gewichtsteile Silber auf 100 Gewichtsteile Nickel. Ein beispielsweise aus Sojaöl auf diesem Weg hergestelltes Produkt enthält etwa 4 % feste Glyceride (bei 20°C), die ohne besondere Behandlung (Tempern o.ä.) auch bei längerer Lagerung suspendiert bleiben. Ein derartiges gießfähiges Koch-, Brat- und Backfett ist wegen des stark herabgesetzten Gehaltes an höher ungesättigten Fettsäuren besonders hitzestabil und eignet sich u.a. zum Frittieren, auch anstelle von Erdnußöl.

Der Hydrierverlauf bei der Hydrierung von Sojaöl unter Verwendung eines bei 220 bis 290°C reduzierten Nickel/Silber-Trägerkatalysators ist in Abb. 1 dargestellt. Den hiervon abweichenden Hydrierverlauf bei Verwendung eines erfindungsgemäß bei 350 bis 450°C reduzierten Nickel/Silber-Trägerkatalysators zeigt die Abb. 2.

709810/1080

Außerdem sind bereits Katalysatoren bekannt, die Silber und Nickel auf Aluminosilikatkügelchen als Träger enthalten und zur Zersetzung von Ozon verwendet werden, vgl. Chemical Abstracts, 1971, Bd. 75, Nr. 8, 53879y. Ferner kennt man schon Katalysatoren, die aus mit Silber überzogenen oder imprägnierten Pellets aus plastisch verformtem Kupfer-, Aluminium-, Wolfram-, Zinn-, Stahl- oder auch Nickeldraht bestehen, siehe GB-PS 1 243 827. Diese Katalysatoren werden für die Oxydation von Äthylen zu Äthylenoxid eingesetzt. In der GB-PS 1 119 512 sind ferner Raney-Nickel-Katalysatoren beschrieben, die in ihrem Metallgerüst ein Metall der Gruppen I B oder VIII des Periodensystems oder deren Verbindungen als Aktivierungsmittel und ein Metall der Gruppen V A oder VI A oder deren Verbindungen als Promotor enthalten. In diesen Katalysatoren kann das Metallgerüst anstelle von Nickel auch aus Silber bestehen. Die GB-PS 1 032 754 befaßt sich mit Katalysatoren für die Wasserdampfreformierung von Kohlenwasserstoffen, die auf einem calcinierten feuerfesten Träger mit sehr großer Oberfläche Nickel, ein oder mehrere Metalle der Platingruppe sowie Kupfer, Silber oder Gold enthalten.

Kohlenwasserstoffumwandlungskatalysatoren auf feuerfesten calcinierten Trägern sind auch in der GB-PS 1 219 610 beschrieben. Sie werden dort dadurch hergestellt, daß man ein Hydrogel

eines feuerfesten Oxids bei erhöhter Temperatur und einem Druck, der ein Verdampfen der Lösung verhindert, mit einer wässrigen Lösung imprägniert, die lösliche Verbindungen von Metallen der Gruppen I B, VI B und VIII enthält, das imprägnierte Hydrogel abfiltriert, trocknet und calciniert.

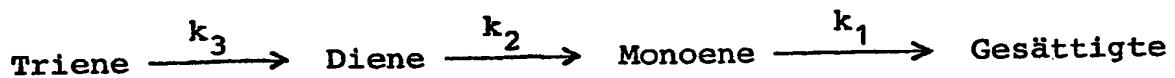
Man hat auch schon Fette und Öle unter gleichzeitiger Bildung des Katalysators in einer Stufe bei verhältnismäßig niederen Temperaturen von etwa 180 bis 195°C hydriert, vgl. die GB-PS 12 982. Zur Durchführung dieses Verfahrens werden die Oxide oder Carbonate von zwei oder mehr Metallen, unter denen auch Nickel und Silber genannt sind, mit den Fetten und Ölen vermischt. Darauf wird unter Röhren Wasserstoff durch das Gemisch geleitet und erhitzt. Mit diesem Verfahren werden unter Härtung der Öle nahezu gesättigte Produkte erhalten.

Die erfindungsgemäßen Katalysatoren eignen sich vor allem für die Hydrierung von Soyaöl und Rapsöl, ferner von Senföl und Weizenkeimöl. Es ist bekannt, daß diese Öle zu einer raschen Geruchs- und Geschmacksverschlechterung, der sogenannten Geschmacksreversion, neigen, und daher nur begrenzt haltbar sind. Das trifft auch auf die unter Verwendung dieser Öle hergestellten Fettzubereitungen, wie Mayonnaise, Margarine, Koch-, Brat- und Backfette zu. Diese Eigenschaft ist im wesentlichen auf die Gegenwart von Linolensäure in diesen

709810/1080

Ölen zurückzuführen. Daneben weisen diese Öle beträchtliche Mengen an der ernährungsphysiologisch besonders wertvollen Linolsäure auf. Man strebt daher an, den Linolensäuregehalt so stark wie möglich zu verringern, den Linolsäureanteil aber weitgehend zu erhalten.

Es wurde schon vielfach versucht, die Hydrierung von Ölen so zu leiten, daß die gebundene Linolensäure fast vollständig reduziert wird, die gebundene Linolsäure aber möglichst erhalten bleibt. Aus theoretischen Überlegungen und aufgrund praktischer Erfahrungen kann man schließen, daß die Geschwindigkeitskonstanten k der einzelnen Stufen des vereinfachten Hydrierungsschemas



unterschiedlich groß sind, nämlich $k_3 > k_2 > k_1$. Als Selektivität wird das Verhältnis der Geschwindigkeitskonstanten

$$S_{32} = k_3/k_2; \quad S_{21} = k_2/k_1; \quad S_{31} = k_3/k_1$$

definiert, vgl. H.J. Schmidt in "The Journal of the American Oil Chemists' Society", 45, 520 (1968).

Wenn die Geschwindigkeitskonstanten der beiden ersten Stufen von untergeordnetem Interesse sind, z.B. bei der Hydrierung von Ölen zu höher schmelzenden Produkten, kann das obige Hydrierungsschema vereinfacht werden zu:



und man erhält $S_{(3,2)1} = k_{3,2}/k_1$.

Ein weiteres wesentliches Merkmal der partiellen, selektiven Hydrierung von Ölen ist die Bildung von trans-isomeren Fett-säuren, die in nativen Ölen bekanntlich nicht oder nur in ganz untergeordneter Menge vorkommen. Man kann sie durch IR-Spektroskopie leicht ermitteln und errechnet sie gewöhnlich als % Elaidinsäuremethylester (A). Praktischer ist die prozentuale Angabe des Teils der Doppelbindungen, die in trans-Form vorliegen und leicht unter Zuhilfenahme der Jodzahl (JZ) gemäß folgender Beziehung ermittel werden kann:

% trans-Form der Doppelbindungen = 85,6 A/JZ = Isomerisierungsrate

(vgl. J. Baltes in "Fette-Seifen-Anstrichmittel", 72, 425 (1970)).

Selektivität und räumliche Isomerisierungsrate der partiellen Hydrierung sind nun ganz wesentlich von der Art der Hydrie-

709810/1080

rungskatalysatoren, weniger von den Hydrierungsbedingungen, abhängig. Die Selektivität (S_{32}) der üblicherweise verwendeten Nickel-Trägerkatalysatoren ist mit etwa 3 sehr niedrig, während die Selektivität ($S_{3,2}$)₁ mehr als 40 beträgt. Nickel-Katalysatoren sind daher gemäß den obigen Darlegungen für eine selektive Hydrierung nicht brauchbar. Geeigneter sind dagegen die in jüngerer Zeit vorgeschlagenen Kupfer enthaltenden Katalysatoren, die eine Selektivität S_{32} von etwa 7 und höher aufweisen und eine niedrige Isomerisierungsrate bewirken, vgl. hierzu DT-PS 1 196 311, DT-OS 1 467 531, DT-OS 1 467 535 und DT-OS 1 467 539. Diese Kupfer enthaltenden Katalysatoren zeigen aber bei der partiellen, selektiven Hydrierung von Ölen einige nachteilige Eigenschaften, die bei ihrer praktischen Anwendung zu erheblichen Schwierigkeiten führen. Die bedeutendste besteht darin, daß das in den Hydrierungsprodukten enthaltene, aus den Katalysatoren stammende gelöste Kupfer - ein hochwirksames Prooxydans - nur mit einem beträchtlichen Aufwand, gewöhnlich durch besondere und zusätzliche Behandlung bis auf den aus Haltbarkeitsgründen zu fordernden Restgehalt von 0,01 ppm entfernt werden muß. Kupfer enthaltende Katalysatoren besitzen ferner bei dieser Verwendungsart nur eine kurze Lebensdauer und können gewöhnlich nur einmal, in Ausnahmefällen zweimal, verwendet werden. Sie erfordern außerdem ein umständliches Herstellungsverfahren und daher im Vergleich zu den üblicherweise verwendeten Nickel-

Katalysatoren einen ungewöhnlich hohen, wirtschaftlich kaum zu vertretenden Aufwand. Auch durch Verwendung von Kupfer-Nickel-Mischkatalysatoren gemäß der DT-OS 1 467 539 lassen sich diese Schwierigkeiten nicht überwinden.

Im Vergleich hierzu besitzen die erfindungsgemäßen Katalysatoren eine hohe Lebensdauer und lassen sich durch übliche Nachbehandlung der Härtungsprodukte, d.h. durch Filtrieren, falls erforderlich Ent säuern, und Bleichen wie die sonst üblichen Nickel-Katalysatoren leicht und restlos entfernen.

Für die Herstellung der erfindungsgemäßen Mischkatalysatoren werden wasserlösliche Salze des Nickels und Silbers mit organischen oder anorganischen Säuren, wie Acetate und Nitrate, und als Trägermaterialien oxydische Substanzen, wie Kieselsäureregel, Aluminiumoxid und Siliciumdioxid (Kieselsäuregel) verwendet. Die gemeinsam in Wasser gelösten Metallsalze können mit basischen Reagenzien, z.B. als Hydroxide oder Oxide auf dem suspendierten Träger niedergeschlagen werden (Fällverfahren). Zu etwas günstigeren Eigenschaften der Katalysatoren gelangt man, wenn man stufenweise verfährt, indem man zunächst Nickel, z.B. als Hydroxid, und anschließend Silber, z.B. als Oxid, niederschlägt (fraktioniertes Fällverfahren). Die Metallsalze können auch durch Tränken des Trägermaterials mit

709810/1080

deren Lösungen aufgebracht werden (Imprägnierverfahren).

Allgemein wird eine Arbeitsweise bevorzugt, gemäß der zunächst das Nickelsalz und darauf das Silbersalz, beide aus wäßrigen ammoniakalischen Lösungen, auf dem Trägermaterial fixiert werden (fraktioniertes Imprägnierverfahren). Als Trägermaterialien sind hier besonders Kieselgel und Molekularsiebe geeignet. Mit Hilfe des fraktionierten Imprägnierverfahrens hergestellte Mischkatalysatoren weisen bei einem erwünschten niedrigen Gewichtsverhältnis von Silber zu Nickel günstige Selektivitätseigenschaften auf.

Das feuchte Festmaterial wird bei erhöhter Temperatur, d.h. bei 120°C , getrocknet und sodann in einem Rohrofen oder in einer ähnlichen Vorrichtung im Wasserstoffstrom bei einer Temperatur über 290°C und insbesondere bei 350 bis 450°C reduziert. Das abgekühlte reduzierte Material, nunmehr von brauner bis dunkelbrauner Farbe, wird unter Wasserstoff in Öl oder Fett eingebracht und gleichmäßig verteilt. In dieser Form sind die Mischkatalysatoren haltbar und jederzeit einsatzfähig.

Die Härtung von Ölen mit den erfindungsgemäßen Mischkatalysatoren erfolgt unter den üblichen Bedingungen in diskontinuierlicher oder kontinuierlicher Weise. Im allgemeinen benötigt man 0,05 bis 1, höchstens bis 2 Gewichtsteile aktives Metall auf 100 Gewichtsteile Öl in Abhängigkeit von der

Reinheit des zu verarbeitenden Öles und der Herstellungsweise des Mischkatalysators. Eine gute Vorreinigung des Öles bringt Ersparnisse an Katalysator und erhöht seine Lebensdauer. Der günstigste Temperaturbereich der Hydrierung liegt bei 180 bis 200°C. Der Wasserstoffdruck kann zwischen 1 und 5 ata schwanken, höhere Drucke sind zwar möglich, aber nicht notwendig. Nach der Abtrennung durch Filtrieren kann der Mischkatalysator erneut eingesetzt werden, bei guter Vorreinigung der Öle fünfmal und mehr, ohne daß seine speziellen Hydriereigenschaften leiden.

Die erfindungsgemäßen Katalysatoren eignen sich für die Hydrierung aller Öle, die höher ungesättigte Fettsäuren, nämlich dreifach ungesättigte und höher ungesättigte Fettsäuren enthalten, insbesondere für die Hydrierung der genannten pflanzlichen Öle, aber auch für die Hydrierung von Seetierölen, wie Walöl und Fischöl. Die Hydrierung wird beendet, wenn der Linolensäuregehalt des Öles auf 0 bis 10 % und der Linolsäuregehalt auf 40 bis 60 % des ursprünglichen Wertes gesunken ist. Bei Soyaöl entspricht dies einer Herabsetzung der Jodzahl (JZ) von ursprünglich 130 bis 134 auf 100 bis 115. Optimale Ergebnisse werden erhalten, wenn man die Jodzahl auf den Bereich von 105 bis 110 herabsetzt. Bei Rapsöl, das bei einer Jodzahl von 110 bis 115 etwa 8 bis 10 Gew.% Linolensäure und 15 bis 20 Gew.% Linolsäure enthält, wird die Hydrierung bei einer

709810 / 1080

Jodzahl von 85 bis 90 beendet. Der Linolensäuregehalt beträgt dann 0 bis 1 Gew.% und der Linolsäuregehalt etwa 6 bis 12 Gew.%. Da die erwähnten Gehalte an ungesättigten Fettsäuren der Hydrierungsprodukte mit denen der Ausgangsöle und mit der Katalysatorselektivität in Beziehung stehen, müssen diese Verhältnisse im Einzelfall entsprechend aufeinander abgestimmt werden. Die erfundungsgemäß behandelten Öle weisen gewöhnlich bis 20 % trans-Doppelbindungen und bei 10°C Gehalte an festen Bestandteilen von 5 bis 10 Gew.% auf.

Nach der Abtrennung des Katalysators werden die hydrierten Öle in üblicher Weise aufgearbeitet, d.h. entsäurert, getrocknet, gebleicht und desodorisiert. Infolge des verringerten Linolensäuregehaltes tritt die bei diesen Ölen gefürchtete Geschmacksreversion auch bei längerer Lagerung nicht ein. Insofern sind sie durchaus mit Sonnenblumenöl oder Baumwollsaatöl vergleichbar, die als besonders gut haltbare Öle bekannt sind. Die erfundungsgemäß hergestellten Öle können als Bestandteile von Margarine-Fettmischungen, von Koch-, Brat-, Back- und Diätfetten, zur Herstellung von Mayonnaise, als Salatöle und wegen ihrer Hitzebeständigkeit vor allem als Frittieröle verwendet werden. Um sie als Salatöle und zur Herstellung von Mayonnaise benutzen zu können, sollten sie winterisiert, d.h. nach dem Kühlen auf unter 10°C von den ausgeschiedenen festen Bestandteilen befreit werden. Der Gebrauchswert und die Haltbarkeit

sowie die ernährungsphysiologischen Eigenschaften der erfundungsgemäß hydrierten Öle sowie der mit ihnen hergestellten Zubereitungen entsprechen höchsten Anforderungen.

Die Erfindung wird anhand der folgenden Beispiele erläutert.

Beispiel 1

Herstellung der erfundungsgemäßen Mischkatalysatoren.

a) Nach dem fraktionierten Imprägnierverfahren.

212 g Nickelacetat-tetrahydrat wurden in 2 l destilliertem Wasser gelöst und mit 250 ml 25 %-igem, wäßrigem Ammoniak versetzt. Die klare, blaue Lösung wurde sodann mit 150 g Kieselsäuregel verrührt und die erhaltene Suspension solange zum leichten Sieden erhitzt, bis sich das Nickelsalz in Form einer grünen Verbindung auf dem Kieselsäuregel abgeschieden hatte und die überstehende Lösung farblos war. Nach dem Filtrieren, Waschen und Trocknen bei 120°C wurde der Feststoff mit 500 ml einer 8 g Silbernitrat enthaltenden, ammoniakalischen Lösung verrührt und die erhaltene pastöse Masse bei 120°C getrocknet. In einem Rohrofen wurde sodann in einem Wasserstoffstrom von 250 l/Std. bei 380°C 2 Std. lang reduziert, erkalten lassen und der Mischkatalysator in 500 ml raffiniertes Soyaöl eingerührt.

709810 / 1080

Der braune feste Katalysator enthielt 50 g metallisches Nickel und 5 g metallisches Silber.

b) Nach dem fraktionierten Fällverfahren.

Eine Lösung von 212 g Nickelacetat-tetrahydrat in 2 l destilliertem Wasser wurde nach Zugabe von 150 g Kieselsäuregel mit einer Lösung von 500 g Natriumcarbonat in 2 l destilliertem Wasser in der Siedehitze unter Rühren gefällt. Nach dem Filtrieren und Waschen der festen Bestandteile wurden diese mit 1 Liter einer wässrigen Lösung von 16 g Silbernitrat verrührt und in der Siedehitze mit einem geringen Überschuß an verdünnter Natronlauge gefällt. Die abgetrennte Masse wurde wie unter a) beschrieben weiterbehandelt, reduziert und in raffiniertem Soyaöl aufgenommen.

Der feste dunkelbraune Katalysator enthielt 50 g metallisches Nickel und 10 g metallisches Silber.

c) Nach dem einfachen Füllverfahren.

Die gleichen Mengen Nickelacetat, Silbernitrat und Kieselsäuregel wie unter b) wurden in 2 l destilliertem Wasser gelöst bzw. suspendiert und in der Siedehitze mit einem geringen Überschuß an verdünnter Natronlauge gefällt. Dann wurde wie unter b) beschrieben weitergearbeitet.

709810 / 1080

Beispiel 2

In einem 2 l Rührautoklaven mit den üblichen Armaturen und einem Probenehmer wurde 1 kg entsäuertes getrocknetes Sojaöl mit einem Gehalt von 0,05 % freien Fettsäuren in Gegenwart eines unter Verwendung von Kieselsäuregel hergestellten, bei 380°C reduzierten erfindungsgemäßen Katalysators hydriert.

Der Katalysator enthielt, bezogen auf 100 Gewichtsteile der Gesamtmetalle 7,6 Teile Silber und 92,4 Teile Nickel.

Berechnet auf das Sojaöl wurden 0,0184 % Nickel und 0,0014 % Silber verwendet.

Die Hydriertemperatur betrug 180°C, der Wasserstoffdruck 1 ata und die Strömungsgeschwindigkeit 70 l/Std.. Es wurden die in der nachfolgenden Tabelle zusammengestellten Ergebnisse erhalten:

Hydrier- dauer in Minuten	0	8	16	24	32
D ₅₀	0,90025	0,89883	0,89748	0,89668	0,89544
JZ	135	126	118	112	106
Gew.% C ₁₆	11,0	11,0	11,1	11,0	11,1
Gew.% C ₁₈	3,2	3,5	3,6	3,6	3,8
Gew.% C _{18"}	22,6	29,3	37,1	41,5	48,7
Gew.% C _{18"}	56,0	51,2	44,8	41,1	34,8
Gew.% C _{18...}	7,0	4,6	3,2	2,4	1,4

709810/1080

Auf Angaben über die in Spuren, d.h. unter 1 % vorhandenen Fettsäuren ist hier verzichtet.

Das Endprodukt enthielt 20,6 % trans-Doppelbindungen. Der Feststoffgehalt betrug bei 5°C = 9,3 Gew.%; bei 10°C = 7,3 Gew.%; bei 15°C = 5,4 Gew.% und bei 20°C = 2,6 Gew.%. Die Selektivität S_{32} betrug 4, die Katalysatoraktivität 200 N 1 H₂/h · g Ni.

Beispiel 3

Die Hydrierung von Sojaöl mit der halben Katalysatormenge unter den gleichen Bedingungen wie in Beispiel 2 bis zur Jodzahl etwa 80 ergab die folgenden Werte:

Dauer in Min.	0	15	25	55	65
JZ	134,5	114	111	84	79
C ₁₆	10,4	10,6	10,5	10,5	10,5
C ₁₈	3,5	3,3	3,3	4,2	4,7
C _{18'}	22,9	41,7	44,7	70,8	76,2
C _{18''}	55,3	41,0	38,9	13,8	7,8
C _{18'''}	7,2	2,6	1,9	0	0
S ₃₂		4,5	4,5		
S _{(3,2)1}				>50	>50
% trans-Dop- pelbindungen		4,7	12,5	29,8	34,6

Beispiel 4

Das Hydrierverhalten eines erfindungsgemäßen Nickel/Silber-Trägerkatalysators, wie er in den Beispielen 2 und 3 verwendet wurde, im Vergleich zu bekannten Nickel- und Nickel/Kupfer-Katalysatoren geht aus der folgenden Tabelle hervor.

Katalysator	Ni/Ag HS	Ni	Ni	Ni/Cu*
Temperatur °C	180	180	180	180
H ₂ -Druck ata	2	2	2	2
% aktives Metall	0,01	0,02	0,02	0,1
<hr/>				
JZ	103	98	101	101
C ₁₆	11,7	12,2	12,2	11,2
C ₁₈	4,3	5,2	6,5	4,0
C _{18'}	48,6	53,5	46,4	52,0
C _{18''}	33,1	27,0	32,2	30,6
C _{18'''}	1,6	1,9	2,0	1,4
<hr/>				
% trans-Doppel-bindung	15,6	22,9	27,4	14,7
Feststoffgehalt bei				
10°C	9,2	13,8	16,2	8,2
20°C	2,8	5,3	6,5	2,1

* nach DT-OS 1 467 539 (1969)

In den obigen Beispielen bedeuten:

C_{18'} = Ölsäure; C_{18''} = Linolsäure + Isomere; C_{18'''} = Linolensäure.

Die angegebenen Feststoffgehalte beruhen auf kernresonanzmagnetischen Messungen. 709810/1080

P a t e n t a n s p r ü c h e

1. Katalysator aus Nickel und Silber auf einem anorganischen Oxidträger, der je 100 Gewichtsteile der Gesamtmetalle 70 bis 95 Gewichtsteile Nickel und 30 bis 5 Gewichtsteile Silber enthält und durch gemeinsame oder fraktionierte Fällung von Hydroxiden oder Oxiden des Nickels und Silbers auf dem Träger durch Behandlung wässriger Salzlösungen dieser Metalle mit alkalischen Reagenzien, Trocknen und Reduzieren in strömendem Wasserstoff bei erhöhten Temperaturen hergestellt wurde, nach Patent P 22 46 830, dadurch gekennzeichnet, daß die Reduktion bei Temperaturen über 290°C durchgeführt wurde.
2. Katalysator nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Reduktion bei 350 bis 450°C durchgeführt wurde.
3. Verwendung des Katalysators nach Anspruch 1 für die Hydrierung von Ölen, die neben Linolsäure höher ungesättigte Fettsäuren, insbesondere drei- bis mehrfach ungesättigte Fettsäuren, enthalten.

scha:kö:bü

709810/1080

18
Leerseite

2538098

-19-

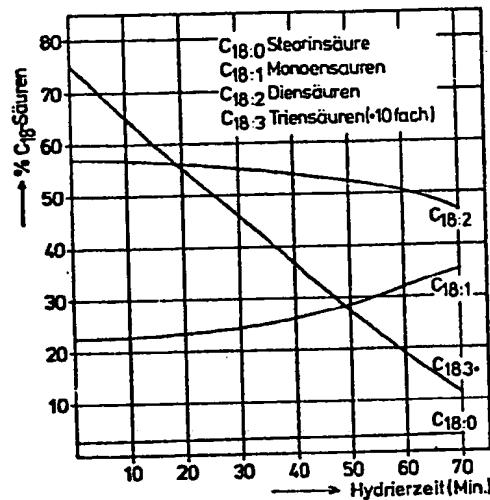


Abb. 1

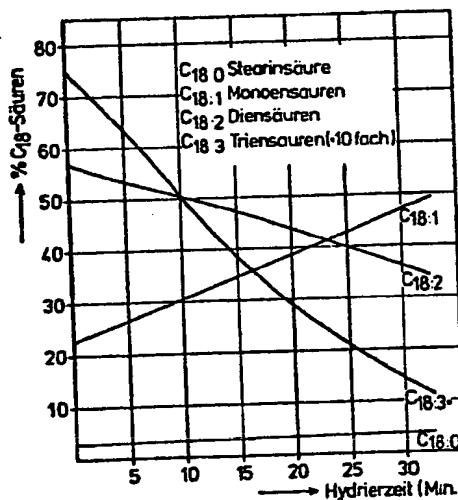


Abb. 2

709810/1080

B01J

23-74

AT:27.08.1975

OT:10.03.1977

ORIGINAL INSP?